



04-001 uS
Kenichi Suenaga
01/09/04
B51B
703-205-8000
1422-0621P
1071

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 2 月 5 日
Date of Application:

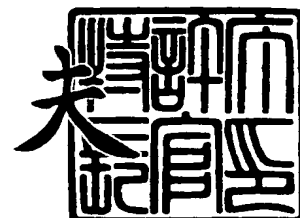
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 2 8 3 4 8
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 0 2 8 3 4 8]

出 願 人 花王株式会社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 8 月 1 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 5 0 4 5



【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP02-1199

【提出日】 平成15年 2月 5日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/14

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 末永 憲一

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 大島 良暁

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 萩原 敏也

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100095832

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 050739

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 0012367

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨液組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水系媒体中にシリカ粒子を含有してなるメモリーハードディスク用基板用の研磨液組成物であって、前記シリカ粒子が、透過型電子顕微鏡（TEM）観察による測定で得られた該シリカ粒子の個数基準の平均粒子径（ r ）に対して個数基準の標準偏差（ σ ）が、以下の式（1）：

$$\sigma \geq 0.3 \times r \quad (1)$$

（式中、 r は個数基準の平均粒子径（nm）、 σ は個数基準の標準偏差（nm）を示す）

を満たし、かつ該シリカ粒子の粒子径 60～120 nm の範囲における累積体積頻度（ V ）が粒子径（ R ）に対し、以下の式（2）及び（3）：

$$V \geq 0.5 \times R \quad (2)$$

$$V \leq 0.25 \times R + 7.5 \quad (3)$$

（式中、 R はシリカ粒子の粒子径（nm）、 V はシリカ粒子の小粒子径側からの累積体積頻度（%）を示す）

を満たすものである、研磨液組成物。

【請求項 2】 シリカ粒子がコロイダルシリカ粒子である請求項 1 記載の研磨液組成物。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物を用いてメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の微小うねりの低減方法。

【請求項 4】 請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物を用いて、Ni-P メッキされたメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、研磨液組成物、該研磨液組成物を用いてメモリーハードディスク用

基板の微小うねりの低減方法、及び前記研磨液組成物を用いるメモリーハードディスク用基板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年のメモリーハードディスクドライブには、高容量・小径化が求められ記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低下させたり、単位記録面積を小さくすることが強いられている。それに伴い、メモリーハードディスク用基板の製造工程においても研磨後に要求される表面品質は年々厳しくなっており、ヘッドの低浮上に対応して、表面粗さ、平均うねり、ロールオフ、突起の低減や単位記録面積の減少に対応して許容されるスクラッチ、ピットの大きさと深さがますます小さくなってきている。

【0003】

このような要求に対し、平均うねりが小さく、表面欠陥の少ないアルミニウムディスク基板を得ることのできる異なったモノモーダル数粒子径分布を有する複数のコロイダルシリカ粒子群を混合した研磨材を含む、アルミニウムディスク基板の研磨用組成物が知られている（特許文献1）。

【0004】

しかし、かかる研磨液組成物は、平均うねりは低減しても、最近磁気ヘッドの浮上量低減に対して重要視されてきた粗さと平均うねりの中間の波長である微小うねり（短波長（ $50 \sim 500 \mu\text{m}$ ）と長波長（ $500 \mu\text{m} \sim 5 \text{mm}$ ））を低減するには不十分であり、さらなる改善が求められている。

【0005】

【特許文献1】

特開2002-30274号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、メモリーハードディスク用基板の表面の微小うねりを生産性を損なうことなく、実用上十分な程度に低減させうる研磨液組成物、ならびに該研磨液組成物を用いる、メモリーハードディスク用基板の微小うねりの低減方法

及びメモリーハードディスク用基板の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の要旨は、

〔1〕 水系媒体中にシリカ粒子を含有してなるメモリーハードディスク用基板用の研磨液組成物であって、前記シリカ粒子が、透過型電子顕微鏡（TEM）観察による測定で得られた該シリカ粒子の個数基準の平均粒子径（ r ）に対して個数基準の標準偏差（ σ ）が、以下の式（1）：

$$\sigma \geq 0.3 \times r \quad (1)$$

（式中、 r は個数基準の平均粒子径（nm）、 σ は個数基準の標準偏差（nm）を示す）

を満たし、かつ該シリカ粒子の粒子径60～120nmの範囲における累積体積頻度（ V ）が粒子径（ R ）に対し、以下の式（2）及び（3）：

$$V \geq 0.5 \times R \quad (2)$$

$$V \leq 0.25 \times R + 75 \quad (3)$$

（式中、 R はシリカ粒子の粒子径（nm）、 V はシリカ粒子の小粒子径側からの累積体積頻度（%）を示す）

を満たすものである、研磨液組成物、

〔2〕 シリカ粒子がコロイダルシリカ粒子である前記〔1〕記載の研磨液組成物、

〔3〕 前記〔1〕又は〔2〕記載の研磨液組成物を用いてメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の微小うねりの低減方法、並びに

〔4〕 前記〔1〕又は〔2〕記載の研磨液組成物を用いて、Ni-Pメッキされたメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の製造方法に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨液組成物は、水系媒体と、研磨材として特定のシリカ粒子とを含有してなる、メモリーハードディスク用基板（以下、ディスク用基板という）用の研磨液組成物である。

【0009】

本発明に使用されるシリカ粒子は、その個数基準の平均粒子径（ r ）に対して個数基準の標準偏差（ σ ）が、前記式（1）を満たし、かつ該シリカ粒子の粒子径 60～120 nm の範囲における累積体積頻度（ V ）が粒子径（ R ）に対し、前記式（2）及び（3）を満たすという特定の粒径分布を有するものである。本発明の研磨液組成物は、当該シリカ粒子を研磨材として含有してなることを大きな 1 つの特徴としており、かかる構成を有することから、ディスク用基板の表面の微小うねりを実用上十分な程度に低減させうる。従って、本発明の研磨液組成物により研磨されたディスク用基板の表面は優れた平滑性を有する。

【0010】

本明細書において、「微小うねり」とは、粗さとうねりの中間の波長を持つ表面の凹凸であり、短波長うねり（波長 50～500 μm のうねり）、長波長うねり（波長 500 μm ～5 mm のうねり）に分類される。

【0011】

すなわち、微小うねりは、対象物の表面の平滑性を示す指標となり、磁気ヘッド浮上量に影響を及ぼす。したがって、微小うねりの値が小さい程、対象物の表面の平滑性は優れることとなり、磁気ヘッドの低浮上化が可能となる。

【0012】

一般に、対象物の表面の微小うねりは、対象物の表面からランダムに抜き取った各部分の平均として求められる。対象物の表面では、個々の位置における微小うねりは一様ではなく、相当に大きなバラツキを示すのが普通である。従って、対象物の表面の微小うねりを求めるには、その母平均が効果的に推定できるように測定位置及びその個数を定める必要がある。よって、データの信頼性は、測定位置及びその個数の選択に大きく依存する。

【0013】

本発明において微小うねりの測定方法の詳細については、後述の実施例におい

て記載する。

【0014】

本発明に使用されるシリカ粒子としては、例えば、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子、表面修飾したシリカ粒子等が挙げられる。ディスク基板の表面のより高度な平滑性を得る観点から、コロイダルシリカ粒子が好ましい。当該コロイダルシリカ粒子は、市販のものでも、例えば、ケイ酸水溶液から生成させる公知の製造方法により得られたものであってもよい。シリカ粒子の使用形態としては、スラリー状であるのが好ましい。

【0015】

前記シリカ粒子の粒径分布は、以下の方法により求めることができる。即ち、シリカ粒子を日本電子製透過型電子顕微鏡（TEM）（商品名「JEM-2000FX」、80kV、1～5万倍）で観察した写真をパソコンにスキャナで取込み、解析ソフト「WinROOF」（販売元：三谷商事）を用いて1000個以上のシリカ粒子データについて1個1個のシリカ粒子の円相当径を求め、それを直径とし、表計算ソフト「EXCEL」（マイクロソフト社製）にて、個数基準の平均粒子径（ r ）及び標準偏差値（ σ ）を得る。

【0016】

本発明において、シリカ粒子は、個数基準の平均粒子径（ r ）に対して、個数基準の標準偏差値（ σ ）が式（1）を満たすものであるが、研磨速度の観点から、式（4）を満たすことが好ましく、式（5）を満たすことが更に好ましい。

$$\sigma \geq 0.34 \times r \quad (4)$$

$$\sigma \geq 0.375 \times r \quad (5)$$

【0017】

また、表面あらさの観点から、式（6）を満たすことが好ましく、式（7）を満たすことが更に好ましい。

$$-0.2 \times r + 25 \geq \sigma \quad (6)$$

$$-0.25 \times r + 25 \geq \sigma \quad (7)$$

【0018】

また、前記表計算ソフト「EXCEL」にて、粒子直径から粒子体積に換算し

て得られるシリカ粒子の粒径分布データに基づき、全粒子中における、ある粒子径の粒子の割合（体積基準％）を小粒子径側からの累積頻度として表し、累積体積頻度（％）を得る。以上のようにして得られたシリカ粒子の粒子径及び累積体積頻度データに基づき、粒子径に対して累積体積頻度をプロットすることにより、粒子径対累積体積頻度グラフが得られる。

【0019】

本発明において、シリカ粒子は、前記粒子径対累積体積頻度グラフにおいて、粒子径60～120 nmの範囲における累積体積頻度（V）が粒子径（R）に対し、前記式（2）及び（3）を満たす粒径分布を有するものであるが、ディスク用基板の表面の微小うねりの低減による当該基板の表面の平滑性の向上の観点から、粒子径105 nm以上の範囲で累積体積頻度が90％となる粒径分布を有するものが好ましい。

【0020】

本発明において、前記式（1）は、シリカ粒子の粒径分布の広がりを示す指標であり、かかる範囲内の粒径分布を有するシリカ粒子は、その粒径分布がある一定以上の広がりを有するものであることを意味する。

また、本発明において、前記式（2）及び（3）は、シリカ粒子の存在割合を示す指標であり、粒子径60～120 nmの範囲において前記式（2）及び（3）を満たすシリカ粒子は、所定の粒子径のものをある一定以上の割合で含有することを意味する。

これらの式を満たすことにより、生産性を損なうことなく、微小うねりを実用上充分な程度に低減させることができる。

【0021】

本発明に使用されるシリカ粒子としては、前記のような粒径分布を有するものであれば、特定の粒径分布を有する1種類のシリカ粒子からなるものであっても、異なる粒径分布を有する2種類以上のシリカ粒子を混合してなるものであってもよい。なお、2種以上のシリカ粒子を用いる場合、シリカ粒子の粒径分布とは、混合したシリカ粒子の粒径分布をいう。

【0022】

シリカ粒子の粒径分布を調整する方法としては、特に限定されないが、例えば、シリカ粒子がコロイダルシリカの場合、その製造段階における粒子の成長過程で新たな核となる粒子を加えることにより最終製品に粒径分布を持たせる方法、異なる粒径分布を有する2つ以上のシリカ粒子を混合する方法等が挙げられる。

【0023】

また、研磨材としては、前記シリカ粒子に加えて、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することもできる。該研磨材として、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表（長周期型）の2A、2B、3A、3B、4A、4B、5A、6A、7A又は8A族由来のものである。研磨材の具体例として、酸化アルミニウム、炭化珪素、ダイヤモンド、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化ジルコニウム等が挙げられ、これらを1種以上使用することは研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等が、磁気記録媒体用基板等の精密部品用基板の研磨に適している。酸化アルミニウムについては、 α 、 θ 、 γ 等種々の結晶系が知られているが、用途に応じ適宜選択、使用することができる。

【0024】

シリカ粒子以外の研磨材の一次粒子の平均粒径は、200nm以下であり、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは1nm以上、より好ましくは10nm以上、さらに好ましくは20nm以上であり、表面粗さ（Ra、Rmax）、うねり（Wa）を低減する観点から、200nm以下、好ましくは150nm以下、より好ましくは120nm以下、特に好ましくは100nm以下である。該一次粒子の平均粒径は、好ましくは1～200nm、より好ましくは1～150nm、さらに好ましくは10～120nm、特に好ましくは20～100nmである。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは50～3000nm、さらに好ましくは100～1500nm、特に好ましくは200～1200nmである。

【0025】

シリカ粒子以外の研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000～100000倍）した画像を解析して一次粒子の小粒径側からの積算粒径分布（個数基準）が50%となる粒径（D50）を測定することにより求めることができる。ここで、ひとつの一次粒子の粒径は、2軸平均（長径と短径の平均）粒径を用いることとする。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0026】

研磨液組成物中におけるシリカ粒子を含む研磨材の含有量は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.5重量%以上、より好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは3重量%以上、特に好ましくは5重量%以上であり、また、表面品質を向上させる観点、及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは13重量%以下、特に好ましくは10重量%以下である。すなわち、該含有量は、好ましくは0.5～20重量%、より好ましくは1～15重量%、さらに好ましくは3～13重量%、特に好ましくは5～10重量%である。

【0027】

また、本発明の研磨液組成物は、研磨速度をより向上させる観点から、酸化剤を含有していてもよい。酸化剤としては、過酸化物、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、ペルオキシ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類、硫酸類等が挙げられる。

【0028】

前記過酸化物としては、過酸化水素、過酸化ナトリウム、過酸化バリウム等；過マンガン酸又はその塩としては、過マンガン酸カリウム等；クロム酸又はその塩としては、クロム酸金属塩、重クロム酸金属塩等；ペルオキシ酸又はその塩としては、ペルオキシ二硫酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸金属塩、ペルオキシリン酸、ペルオキシ硫酸、ペルオキシホウ酸ナトリウム、過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等；酸素酸又はその塩としては、次亜塩素酸、次亜臭素酸、次亜ヨウ素酸、塩素酸、臭素酸、ヨウ素酸、次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カルシウム等；金属塩類としては、塩化鉄（III）、硫酸鉄（

III)、クエン酸鉄 (III)、硫酸アンモニウム鉄 (III)等が挙げられる。好ましい酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄 (III)、過酢酸、ペルオキソ二硫酸アンモニウム、硫酸鉄 (III)及び硫酸アンモニウム鉄 (III)等が挙げられる。特に、表面に金属イオンが付着せず汎用に使用され安価であるという観点から過酸化水素が好ましい。これらの酸化剤は、単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

【0029】

研磨速度を向上させる観点から、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は、好ましくは0.002 重量% 以上、より好ましくは0.005 重量% 以上、さらに好ましくは0.007 重量% 以上、特に好ましくは0.01重量% 以上であり、表面粗さ、微小うねりを低減し、ピット、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて表面品質を向上させる観点及び経済性の観点から、好ましくは20重量% 以下、より好ましくは15重量% 以下、さらに好ましくは10重量% 以下、特に好ましくは5 重量% 以下である。該含有量は、好ましくは0.002 ~20重量% 、より好ましくは0.005 ~15重量% 、さらに好ましくは0.007 ~10重量% 、特に好ましくは0.01~5 重量% である。

【0030】

また、本発明の研磨液組成物は、酸及び／又はその塩を含有してもよい。酸及び／又はその塩としては、その酸の pK_1 が2以下の化合物が好ましく、微小スクラッチを低減する観点から、 pK_1 が1.5以下の化合物が好ましく、より好ましくは1以下、最も好ましくは pK_1 で表せない程の強い酸性を示す化合物が望ましい。その例としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、トリポリリン酸、アミド硫酸等の無機酸及びその塩、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ (メチレンホスホン酸)、エチレンジアミンテトラ (メチレンホスホン酸)、ジエチレントリアミンペンタ (メチレンホスホン酸)、エタン-1, 1, -ジホスホン酸、エタン-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1, 2-ジカルボキシ-1, 2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカ

ルボン酸、1-ホスホノブタン-2, 3, 4-トリカルボン酸、 α -メチルホスホノコハク酸等の有機ホスホン酸及びその塩、グルタミン酸、ピコリン酸、アスパラギン酸等のアミノカルボン酸及びその塩、シュウ酸、ニトロ酢酸、マレイン酸、オキサロ酢酸等のカルボン酸及びその塩等が挙げられる。中でも、微小スクラッチを低減する観点から、無機酸や有機ホスホン酸及びその塩が好ましい。また、無機酸及びその塩の中では、硝酸、硫酸、塩酸、過塩素酸及びそれらの塩がより好ましい。有機ホスホン酸及びその塩の中では、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）及びそれらの塩がより好ましい。これらの酸及びその塩は単独で又は2種以上を混合して用いてもよい。ここで、 pK_1 とは有機化合物又は無機化合物の酸解離定数（25℃）の逆数の対数値を通常 pK_a と表し、そのうちの第一酸解離定数の逆数の対数値を pK_1 としている。各化合物の pK_1 は例えば改訂4版化学便覧（基礎編）II、pp 316-325（日本化学会編）等に記載されている。なお、本発明においては、微小スクラッチの低減と研磨速度の両立の観点から、その酸の pK_1 が2以下の酸及び／又はその塩を用いることが特に好ましい。

【0031】

これらの酸の塩としては、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム、有機アミン等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。これらの中でも、微小スクラッチ低減の観点から1A族に属する金属又はアンモニウムとの塩が好ましい。

【0032】

前記酸及びその塩の研磨液組成物中における含有量は、十分な研磨速度を発揮する観点及び表面品質を向上させる観点から、0.0001～5重量%が好ましく、より好ましくは0.0003～4重量%であり、さらに好ましくは0.001～3重量%、特に好ましくは0.0025～2.5重量%である。

【0033】

本発明の研磨液組成物中の水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水、超純水等が使用される。その含有量は、被研磨物を効率よく研磨する観点から、好ましくは55重量% 以上であり、より好ましくは67重量% 以上であり、さらに好ましくは75重量% 以上であり、特に好ましくは84重量% 以上であり、また、好ましくは99.4979 重量% 以下、より好ましくは98.9947 重量% 以下、さらに好ましくは96.992重量% 以下、特に好ましくは、94.9875 重量% 以下である。該含有量は、好ましくは55～99.4979 重量% 、より好ましくは67～98.9947 重量% 、さらに好ましくは75～96.992重量% 、特に好ましくは84～94.9875 重量% である。

【0 0 3 4】

尚、前記研磨液組成物中の各成分の濃度は、該組成物製造時の濃度及び使用時の濃度のいずれであってもよい。通常、濃縮液として研磨液組成物は製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0 0 3 5】

また、本発明の研磨液組成物には、必要に応じて他の成分を配合することができる。該他の成分としては、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤等が挙げられる。

【0 0 3 6】

本発明の研磨液組成物は、前記研磨材及び水系媒体、さらに所望により酸化剤、酸及び／又はその塩、他の成分等を公知の方法で混合することにより調製することができる。

【0 0 3 7】

本発明の研磨液組成物のp Hは、被加工物の種類や要求性能に応じて適宜決定することが好ましい。被研磨物の材質により一概に限定はできないが、一般に金属材料では研磨速度を向上させる観点からp Hは酸性が好ましく、7 未満が好ましく、より好ましくは6 以下、さらに好ましくは5 以下、特に好ましくは4 以下であることが望ましい。また、人体への影響や機械の腐食性の観点から、p Hは1 以上であることが好ましく、より好ましくは1.1 以上、さらに好ましくは1.2 以上、特に好ましくは1.3 以上である。特にニッケルーリン (N i -P) メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品用基板においては

、研磨速度の観点から、pHは酸性にすることが好ましく、研磨速度を向上させる観点からpHは4.5以下が好ましく、より好ましくは4以下、さらに好ましくは3.5以下、特に好ましくは3以下である。従って、重視する目的に合わせてpHを設定すればよいが、特にNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板等の金属を対象とした精密部品用基板においては、前記観点を総合して、pHは1～4.5が好ましく、より好ましくは1.1～4、さらに好ましくは1.2～3.5、特に好ましくは1.3～3である。pHは硝酸、硫酸等の無機酸やシュウ酸等の有機酸、アンモニウム塩、アンモニア水、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することにより調整することができる。

【0038】

本発明のディスク用基板の微小うねりの低減方法としては、メモリーハードディスク用基板に代表される被研磨基板を研磨する際に、本発明の研磨液組成物を用いる方法が挙げられる。前記被研磨基板の研磨方法としては、本発明の研磨液組成物を用いて、あるいは本発明の研磨液組成物の組成となるように各成分を混合して研磨液組成物を調製して被研磨基板を研磨する工程を有しており、特にメモリーハードディスク用基板等の精密部品用基板を好適に製造することができる。また、本発明の研磨液組成物は、ディスク用基板の微小うねりを顕著に低減して高い研磨速度を発揮することができる。

【0039】

本発明の研磨液組成物が対象とする被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属及びこれらの合金、及びガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化珪素、窒化珪素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂等が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるのが好ましく、例えば、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板がより好ましく、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が特に好ましい。

【0040】

本発明のディスク用基板の微小うねりの低減方法でディスク用基板の研磨を行う工程は、例えば、公知の研磨機を用いて好適に実施することができる。例えば、不織布状の有機高分子系研磨布等、好ましくはポリウレタン系研磨布を貼り付けた研磨盤でディスク用基板を挟み込み、研磨液組成物を流量として直径95mmのディスク用基板1枚当たり1～30mL/分、好ましくは3～20mL/分で研磨対象の表面に供給し、荷重として、通常、2.9～14.7kPa、好ましくは4.9～10.8kPaの一定圧力を加えながら、上定盤又は下定盤とディスク用基板との相対速度が定盤中央部で、通常、0.1～2m/秒、好ましくは0.3～1m/秒となるように研磨盤やディスク用基板を動かすことにより研磨することにより行われる。

【0041】

かかるディスク用基板の微小うねりの低減方法によればディスク用基板の表面の微小うねりが生産性を損なうことなく、効果的に低減され、さらにマイクロピット等の表面欠陥も低減されるので、実用上十分なディスク用基板の表面の平滑性が得られる。

【0042】

また、本発明の一態様として、本発明の研磨液組成物により研磨する工程を含む、ディスク用基板の製造方法、特に、本発明の研磨液組成物を用いて、Ni-Pメッキされたディスク用基板の研磨を行う工程を含む、ディスク用基板の製造方法が提供される。

【0043】

本発明のNi-Pメッキされたディスク用基板の製造方法（以下、ディスク用基板の製造方法という）は、該基板を本発明の研磨液組成物を用いて研磨する工程を含むが、かかる工程は、複数の研磨工程の中でも第2工程目以降に行われるのが好ましく、最終研磨工程に行われるのがより好ましい。例えば、アルミナ砥粒等の公知の研磨材を含んでなる研磨液を使用する、第1研磨工程又は第2研磨工程により、微小うねりとして短波長うねりを0.4～0.6nm、長波長うねりを0.35～0.5nmにした前記ディスク用基板（例えば、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板）を、本発明の研磨液組成物を用いた研磨工程によ

り、さらに研磨する。本発明の研磨液組成物を用いた研磨工程は、例えば、前記ディスク用基板の表面粗さの低減方法における研磨工程と同様に実施すればよい。

【0044】

本発明のディスク用基板の製造方法においては、2工程のみからなる研磨工程により、微小うねりとして短波長うねりを0.12nm以下、長波長うねりを0.25nm以下のディスク用基板を製造することを所望する場合、第2工程目を、本発明の研磨液組成物を用いたディスク用基板の研磨工程とするのが好適である。

【0045】

本発明のディスク用基板の製造方法によれば、微小うねりが低減された、優れた表面の平滑性を有するNi-Pメッキされたディスク用基板を効率的に製造することができる。

【0046】

【実施例】

(被研磨物)

アルミナ砥粒を含有する研磨液であらかじめ粗研磨して微小うねりとして短波長うねりを0.5nm、長波長うねりを0.45nmとした、厚さ1.27mm、直径95mmのNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板を被研磨物として用い、以下の実施例及び比較例で得られた研磨液組成物を用いて当該基板に対する研磨評価を行った。

【0047】

実施例1～3及び比較例1～3

表1に記載のコロイダルシリカ(シリカA～F)、過酸化水素(H₂O₂)、HEDP(1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸)及び残部水(イオン交換水)を添加、混合することにより、表1に記載の組成を有する研磨液組成物を調製した。混合する順番としては、HEDPを水に希釈した水溶液に35重量%過酸化水素水を、次いで残りの成分を混合し、最後にコロイダルシリカスラリーをゲル化しないように攪拌しながら配合し、研磨液組成物を調製した。

【0048】

【表1】

		研磨液組成物の組成 (重量%)									pH
		シリカ計	シリカA	シリカB	シリカC	シリカD	シリカE	シリカF	H ₂ O ₂	HEDP	
実施例番号	1	7.00	—	—	—	—	—	7.00	0.6	2.0	1.5
	2	7.00	1.75	—	—	4.20	1.05	—	0.6	2.0	1.5
	3	7.00	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40	—	0.6	2.0	1.5
比較例番号	1	7.00	0.27	—	1.35	—	5.38	—	0.6	2.0	1.5
	2	7.00	—	—	1.40	—	5.60	—	0.6	2.0	1.5
	3	7.00	—	—	5.60	—	1.40	—	0.6	2.0	1.5

【0049】

なお、表中、シリカAは「カタロイドS I-30」（触媒化成工業社製）、シリカBは「カタロイドS I-40」（触媒化成工業社製）、シリカCは「カタロイドS I-50」（触媒化成工業社製）、シリカDは「カタロイドS I-45P」（触媒化成工業社製）、シリカEは「カタロイドS I-80P」（触媒化成工業社製）、シリカFは「Syton 520」（デュポン社製）、HEDPは1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸（「デイクエスト2010」、ソルーシア・ジャパン製）、及びH₂O₂は、35重量%過酸化水素水（旭電化社製）を示す。

【0050】

前記研磨液組成物におけるシリカ粒子の粒径分布について、以下の（シリカ粒子の粒径分布の測定）に記載の方法に従い、粒子径を測定し、個数基準の平均粒子径、標準偏差値及び累積体積頻度を求め、粒子径対累積体積頻度グラフを作成した。各実施例で使用されたシリカ粒子の粒子径対累積体積頻度グラフを図1に、各比較例で使用されたシリカ粒子の粒子径対累積体積頻度グラフを図2に示す

。

【0051】

〔シリカ粒子の粒径分布の測定〕

スラリー状のシリカ粒子を試料として用い、日本電子製透過型電子顕微鏡（TEM）（商品名「JEM-2000FX」、80kV、1～5万倍）により、試料を観察し、TEM像を写真撮影した。当該写真をスキャナで画像データとしてパソコンに取り込み、解析ソフト「WinROOF」（販売元：三谷商事）を用いて1個1個のシリカ粒子の円相当径を求め、それを直径とし、1000個以上のシリカ粒子データを解析した後、それをもとに表計算ソフト「EXCEL」（マイクロソフト社製）にて、個数基準の平均粒子径及び標準偏差値を得た。その結果を表2に示す。

【0052】

【表2】

		平均粒子径 (γ)	標準偏差 (δ)	$0.3 \times$ 平均粒子径 (nm)
		測定値 (nm)	測定値 (nm)	
実施 例 番 号	1	22.6	15.8	6.8
	2	16.4	9.1	4.9
	3	17.9	8.1	5.4
比 較 例 番 号	1	23.1	17.7	6.9
	2	39.4	22.1	11.8
	3	32.3	6.9	9.7

【0053】

また、表計算ソフト「EXCEL」にて、粒子直径から粒子体積に換算して得られるシリカ粒子の粒径分布データに基づき、全粒子中における、ある粒子径の粒子の割合（体積基準％）を小粒子径側からの累積頻度として表し、累積体積頻度（％）を得た。

【0054】

以上のようにして得られたシリカ粒子の粒子径及び累積体積頻度データに基づき、粒子径に対して累積体積頻度をプロットすることにより、粒子径対累積体積頻度グラフを得た。

【0055】

また、実施例 1～3 及び比較例 1～3 の研磨液組成物を用いて、以下に示す研磨条件にて被研磨物を研磨した。次いで、被研磨物の表面の微小うねり及びマイクロピットを以下の方法に基づいて測定し、評価を行った。各実施例及び比較例につき 10 枚の被研磨物を用いて評価を行い、微小うねりは各被研磨物を用いて得られた個々のデータの平均とした。得られた結果を表 3 に示す。

【0056】

(研磨条件)

研磨試験機 : スピードファム社製「両面 9 B 研磨機」
研磨パッド : カネボウ社製「Bellatrix N0058」
研磨荷重 : 7.8 kPa
スラリー供給量 : 100 mL/分
下定盤回転数 : 30 rpm
研磨時間 : 4 分
投入した基板の枚数 : 10 枚

【0057】

[微小うねりの測定]

Zygo 製、「New View 200」を用いて被測定基板を 180° おきに 2 点 (計 4 点) について、以下の条件で短波長うねりと長波長うねりを測定し、その 4 点の測定値の平均値を 1 枚の基板の短波長うねり又は長波長うねりとして算出した。

対物レンズ : 2.5 倍 Michelson

ズーム比 : 0.5 倍

フィルター : Band Pass

フィルタータイプ : FFT Fixed

測定波長 :

・ 短波長うねり：Filter High Wavelength 0.05mm

Filter Low Wavelength 0.50mm

・ 長波長うねり：Filter High Wavelength 0.50mm

Filter Low Wavelength 5.00mm

【 0 0 5 8 】

[マイクロピットの測定方法]

微分干渉式顕微鏡観察〔金属顕微鏡「B X 6 0 M」(オリンパス工業社製)、倍率 5 0 倍(接眼レンズ 1 0 倍、対物レンズ 5 倍)〕により 5 枚の基板について表面、裏面ともに図 3 に示すように線 A B、C D、E F、G H について走査しながらマイクロピットの個数をカウントした。

その結果を以下の評価基準に基づいて、表 3 に示す。

【 0 0 5 9 】

評価基準

「◎」：0. 3 個／面未満

「○」：0. 3 個／面以上、1 個／面未満

「△」：1 個／面以上、5 個／面未満

「×」：5 個／面以上

【 0 0 6 0 】

【表 3】

		微小うねり		マイクロピット
		短波長 (nm)	長波長 (nm)	
実施 例 番 号	1	0.106	0.227	◎
	2	0.110	0.248	○
	3	0.111	0.217	◎
比 較 例 番 号	1	0.142	0.336	×
	2	0.149	0.343	×
	3	0.152	0.311	×

【0061】

表3の結果より、実施例1～3の研磨液組成物によれば、比較例1～3のものに比べ、被研磨物の表面の微小うねり、さらにはマイクロピットもより低減されることが分かる。

【0062】**【発明の効果】**

本発明の研磨液組成物によれば、表面の微小うねり、さらにはマイクロピット等の表面欠陥が低減された、実用上十分な平滑性を有するディスク用基板が効率的に得られる。

【図面の簡単な説明】**【図1】**

図1は、各実施例で使用されたシリカ粒子の粒子径対累積体積頻度グラフである。

【図2】

図2は、各比較例で使用されたシリカ粒子の粒子径対累積体積頻度グラフである。

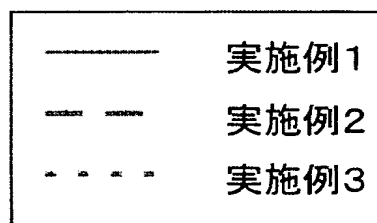
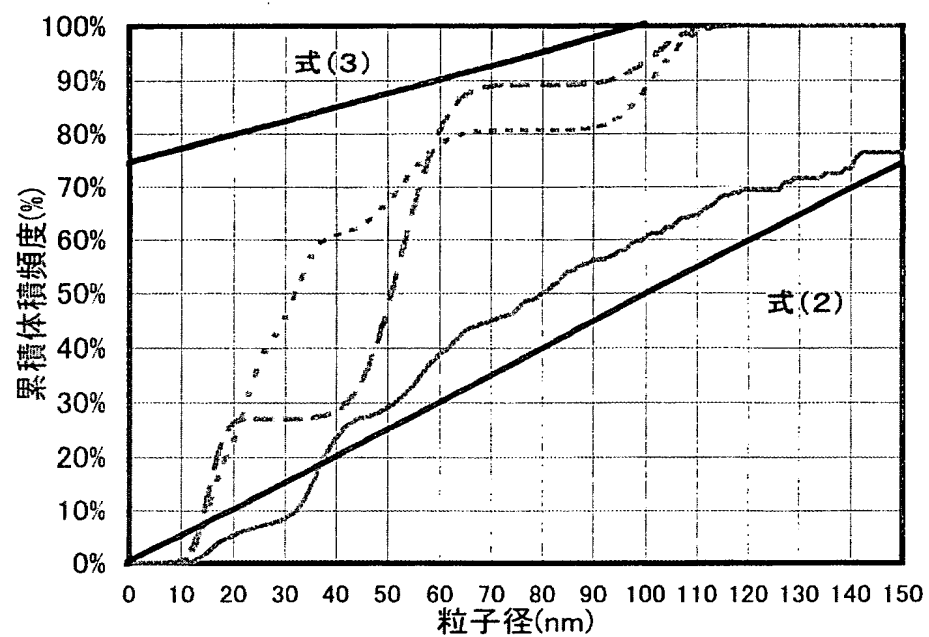
【図3】

図3は、マイクロピットの測定の際に、微分干渉式顕微鏡で走査した基板上の部位を示す概略図である。

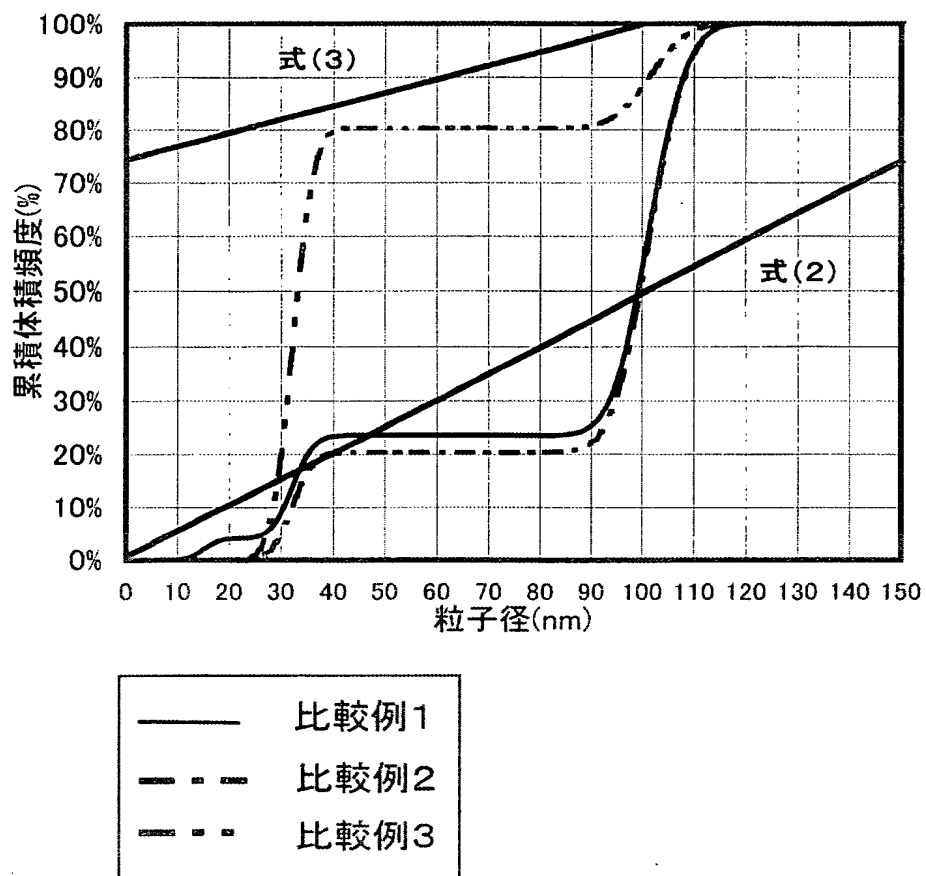
【書類名】

図面

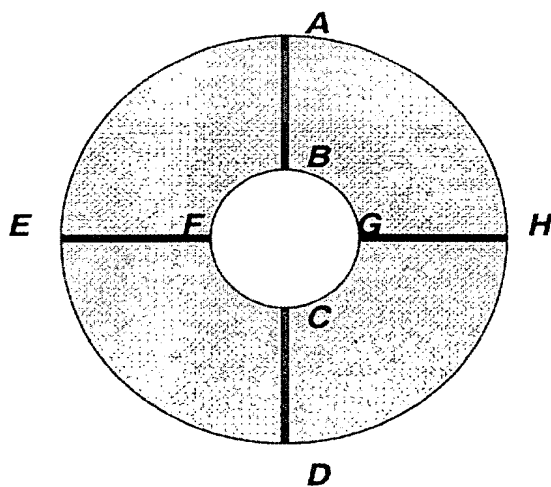
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

メモリーハードディスク用基板の表面の微小うねりを生産性を損なうことなく、実用上十分な程度に低減させうる研磨液組成物、ならびに該研磨液組成物を用いる、メモリーハードディスク用基板の微小うねりの低減方法及びメモリーハードディスク用基板の製造方法を提供すること。

【解決手段】

水系媒体中にシリカ粒子を含有してなるメモリーハードディスク用基板用の研磨液組成物であって、前記シリカ粒子が、透過型電子顕微鏡（TEM）観察による測定で得られた該シリカ粒子の個数基準の平均粒子径（ r ）に対して個数基準の標準偏差（ σ ）が、以下の式（1）： $\sigma \geq 0.3 \times r$ （式中、 r は個数基準の平均粒子径（nm）、 σ は個数基準の標準偏差（nm）を示す）を満たし、かつ該シリカ粒子の粒子径60～120 nmの範囲における累積体積頻度（ V ）が粒子径（ R ）に対し、以下の式（2）： $V \geq 0.5 \times R$ 及び（3）： $V \leq 0.25 \times R + 75$ （式中、 R はシリカ粒子の粒子径（nm）、 V はシリカ粒子の小粒子径側からの累積体積頻度（%）を示す）を満たすものである、研磨液組成物、該研磨液組成物を用いてメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の微小うねりの低減方法、並びに前記研磨液組成物を用いて、Ni-Pメッキされたメモリーハードディスク用基板の研磨を行う工程を含む、メモリーハードディスク用基板の製造方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 0 2 8 3 4 8

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 0 9 1 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 4 日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号
氏 名 花王株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 1 8 日
[変更理由] 名称変更
住所変更
住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号
氏 名 花王株式会社